BEUGUNG IM KONVERGENTEN BÜNDEL MIT 300 k e V ELEKTRONEN

Dissertation
zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften

dem Fachbereich Physik
der Eberhard - Karls - Universität zu Tübingen

vorgelegt von
Roland Wurster
aus Baiersbronn - Obertal

1974

1973

74 148

BEUGUNG IM KONVERGENTEN BÜNDEL MIT 300 k e V ELEKTRONEN

Dissertation
zur Erlangung des Grades eines Doktors
der Naturwissenschaften

dem Fachbereich Physik
der Eberhard - Karls - Universität zu Tübingen

vorgelegt von
Roland Wurster
aus Baiersbronn - Obertal

1974

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Tag der mündlichen Prüfung:	14. Dezember 1973
Dekan:	Prof. Dr. F. Gönnenwein
1. Berichterstatter:	Prof. Dr. G. Möllenstedt
2. Berichterstatter:	Prof. Dr. F. Lenz

Inhaltsübersicht

		Seite
I.	Einleitung	1
II.	Gesamtaufbau der Apparatur	2
	1. Strahlerzeugung	3
	2. Beschleunigungssystem	4
	3. Strahlengang im konvergenten Bündel	6
	4. Steuerung der Anlage	7
	5. Objektverschiebung	9
III.	Messung von Beschleunigungsspannung und Beugungslänge	11
IV.	Messungen und Ergebnisse	12
	1. Präparation der Glimmerkristalle	12
	2. Kristallgitter des Muskovit	13
	3. Kinematische und dynamische Theorie zur Deutung der Diagramme im konvergenten Bündel	15
	4. Auswertung verschiedener Aufnahmen	18
	5. Kritische Spannungen bzw. Dicken	21
V.	Zusammenfassung	24
VI.	Literaturverzeichnis	25

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546528_0037

I. Einleitung

Elektronenbeugungsaufnahmen im konvergenten Bündel (Kossel und Möllenstedt 1939) [1] gestatten, Strukturpotentiale, d.h. die Fourierkoeffizienten des dreifach periodischen Kristallpotentials zu ermitteln.

Bisherige Bestimmungen von Strukturpotentialen nach diesem Verfahren an verschiedenen Substanzen (Ackermann 1948, Hoerni 1950, Goodman und Lehmpfuhl 1965, Graff 1968) [2, 3, 4, 5] wurden bei Elektronenenergien von nur 70 bis 80 keV durchgeführt. Daher durften die Einkristalle Dicken von etwa 200 nm nicht überschreiten. Mit höheren Beschleunigungsspannungen lassen sich auch dickere Kristalle durchstrahlen. Im ersten Teil der vorliegenden Arbeit wird der Aufbau einer neuen Beugungsapparatur für 300 keV-Elektronen beschrieben. Der zweite Teil befaßt sich mit der Auswertung einiger Kossel-Möllenstedt-Diagramme von Muskovit. Die Schwierigkeit der eindeutigen Ermittlung der Lage der Nebenminima wird diskutiert. Abschließend folgen einige Bemerkungen zu den kritischen Potentialen sowie zur anomalen Absorption.

II. Gesamtaufbau der Apparatur

Die in Abb. 1 skizzierte Beugungsapparatur gestattet Experimente bis zu einer Elektronenenergie von etwa 350 keV. Hier wurde jedoch mit der maximal 300 keV liefernden Hochspannungskaskade HA 300 der Firma Carl Zeiss gearbeitet.

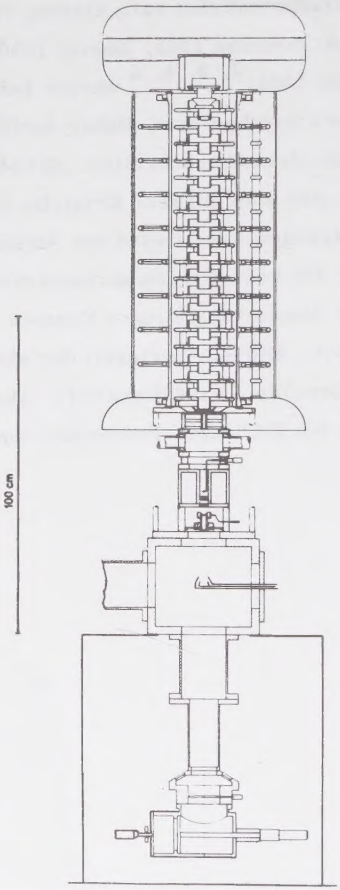


Abb. 1: Elektronenbeugungsapparatur für 300 kV

Die im Strahlkopf erzeugten Elektronen durchlaufen das Beschleunigungsrohr und werden durch die magnetische Linse auf das Objekt fokussiert. Das Beugungsdiagramm wird auf dem ZnS-Leuchtschirm beobachtet. Durch Wegklappen dieses Schirms werden Photoplatte oder Film zur Belichtung freigegeben. Der Plattenträger erlaubt nacheinander 5 Aufnahmen, während mit der Filmtransportrolle 30 - 40 Aufnahmen möglich sind.

Mit einem Pumpstand der Firma Balzers läßt sich über der Diffusionspumpe ein Druck von $3 \cdot 10^{-4}$ Pa erzeugen. Der Druck im Strahlkopf beträgt dann etwa 10^{-3} Pa.

Zur Abschirmung gegen Röntgenstrahlung ist der Abschnitt des Rohres, welcher Blende und Objekt enthält, mit Bleiblech umgeben.

1. Strahlerzeugung

Die Elektronen strammen aus einer gewöhnlichen Haarnadelkatode aus Wolframdraht von 150 µm Durchmesser. Diese Katode sitzt in einem Fernfokussystem nach Steigerwald. Die oberste Elektrode der Beschleunigungssäule trägt den planen Anodenteller (1. Anode). Die Abstandsverhältnisse sind wie in einem herkömmlichen Strahlerzeugungssystem dieser speziellen Art, jedoch bestehen Unterschiede hinsichtlich der technischen Ausführung (Abb. 2).

Da Wehneltzylinder und Katode nicht unmittelbar mechanisch miteinander verbunden und dadurch zentriert sind, wurde für den Wehneltzylinder eine Querverschiebung mit zwei Freiheitsgraden eingebaut. Dieser Verschiebemechanismus sitzt durch Glimmerscheiben isoliert auf der das Glasrohr abschließenden Metallplatte. Den Abschluß des

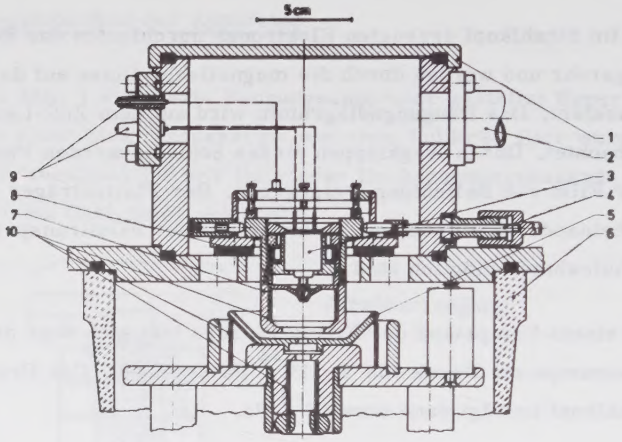


Abb. 2: Strahlerzeugungssystem

Vakuumteils bildet ein Rohr mit Deckel, welches eine Vakuummeßzelle sowie isolierte Durchführungen für Katodenheizung und Wehneltspannung enthält. Um die Katode zu wechseln, hat man nur den Deckel abzunehmen und den Haltering herauszudrehen.

2. Beschleunigungssystem

Das Elektrodensystem [6] befindet sich in einem Glasrohr (22 cm ϕ; 1 m lang) der Firma Schott, Mainz. Es besteht aus 18 gleichartigen Stufen (Abb. 3). Diese Anzahl resultiert aus der Länge des Glasrohrs und der Größe der die einzelnen Stufen verbindenden Widerstände. Grundsätzlich empfiehlt es sich, möglichst kleine Segmente zu wählen, da zwischen Durchbruchspannung und Elektrodenabstand für beliebige Elektrodenform und Isolationsmaterial keine Proportionali-

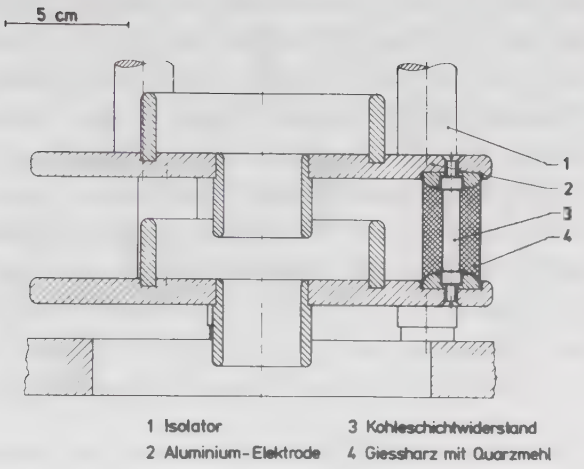


Abb. 3: Elektrodenform und -anordnung

tät besteht, sondern die Durchbruchspannung langsamer wächst als der Abstand. Gegen diesen Grundsatz wurde zwar bei der Wahl des durchgehenden Glasrohres verstoßen, welches die gesamte Spannungsdifferenz von 300 kV in einer Stufe zu isolieren hat, aber dieser Aufbau bringt auch Vorteile, z. B. vakuumtechnisch durch die Einsparung von 18 Dichtungen oder Klebestellen. Außerdem sind Reparaturen einfacher.

Die Potentialverteilung zwischen den Elektroden entspricht näherungsweise einer elektrostatischen Rohrlinse, zumindest in dem Bereich, der von Elektronen durchlaufen wird. Die gesamte Anordnung wirkt also fokussierend auf den Elektronenstrahl.

Die drei Abstandsstücke zwischen je zwei Elektroden bestehen aus einer Mischung von Gießharz und Quarzmehl. Eines davon enthält jeweils einen Kohleschichtwiderstand der Firma Siemens von nominal 1,6 GΩ . Bei den verwendeten Spannungen sinkt dieser Wert jedoch

auf etwa 1,2 GΩ ab. Das elektrische Schaltschema zeigt Abb. 5 auf S. 8. Der oberste Widerstand zwischen Katode und 1. Anode hat etwa den dreifachen Wert der im übrigen untereinander gleich großen Spannungsteilerwiderstände. Die dadurch um den Faktor 3 höhere Potenitaldifferenz zwischen Katode und 1. Anode ist nötig, da sonst der Elektronenstrahldurchmesser zu groß würde. Um das von der Hochspannungselektrode herrührende elektrische Feld (näherungsweise ein Kugelfeld) zu linearisieren, wurde das Glasrohr zusätzlich mit einem an Luft befindlichen Spannungsteiler mit ringförmigen Elektroden umgeben. Die verwendeten Widerstände sind die gleichen wie im Vakuum, jedoch wurde am äußeren Teiler auf jede zweite Elektrode verzichtet.

Zum Schutz gegen Schmutz und Staub sowie aus Sicherheitsgründen befindet sich darüber noch ein Plexiglasrohr.

3. Strahlengang im konvergenten Bündel

Die Elektronen treten nach Durchlaufen des Beschleunigungsrohres (Abb. 4) in ein magnetisches Justierelement der Firma Carl Zeiss ein, mit welchem der Strahl in Achsenrichtung gebracht wird. Diese Ablenkeinheit ist jedoch für 60 kV-Elektronen entworfen und erfüllt ihren Zweck nur, wenn der Strahl genügend vorjustiert ist. Eine Vorjustierung ist dringend erforderlich, weil die Elektronen längs des gesamten Beschleunigungsweges dem ungeschwächten magnetischen Erdfeld ausgesetzt sind. Mit auf das Plexiglasrohr geklebten Permanentmagneten kann diese störende Ablenkung kompensiert werden. Ferner sind im Strahlerzeugungssystem drei Hypermhülsen eingebaut, die den Einfluß magnetischer Wechselfelder an der Stelle niedrigster Elektronenenergie mindern sollen.

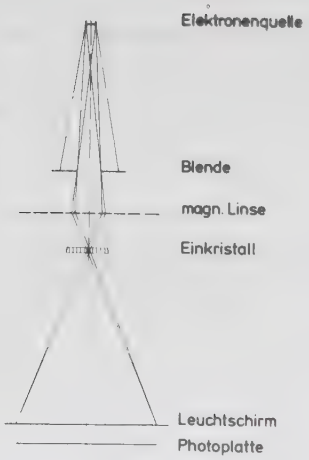


Abb. 4: Strahlengang

In den so justierten Strahl können wahlweise 3 verschiedene Blenden eingeführt werden, die von der magnetischen Linse auf den Leuchtschirm abgebildet werden. Je nach Hochspannung wählt man die Blende aus, deren Bild auf dem Leuchtschirm 10 - 20 mm Durchmesser mißt. Der engste Querschnitt (Brennfleck) sollte mindestens 22 mm von der Polschuhmitte entfernt sein, da sonst das Objekt nicht mehr in den Brennfleck gebracht werden kann. Dies ist nötig, wenn das Objekt nicht extrem plan ist.

4. Steuerung der Anlage

Als "Schalter" dient die einzige mechanische Verbindung zur Hochspannungselektrode außer dem Glasrohr in Form eines Plexiglasrohrs (200 mm ϕ, 1500 mm lang) mit je einer Aluminiumkugel (300 mm ϕ) am Ende. Über eine auf dieses Rohr gewickelte Wicklung aus Kupfer-Lack-Seide-Draht wird dem Beschleunigungsrohr die Hochspannung

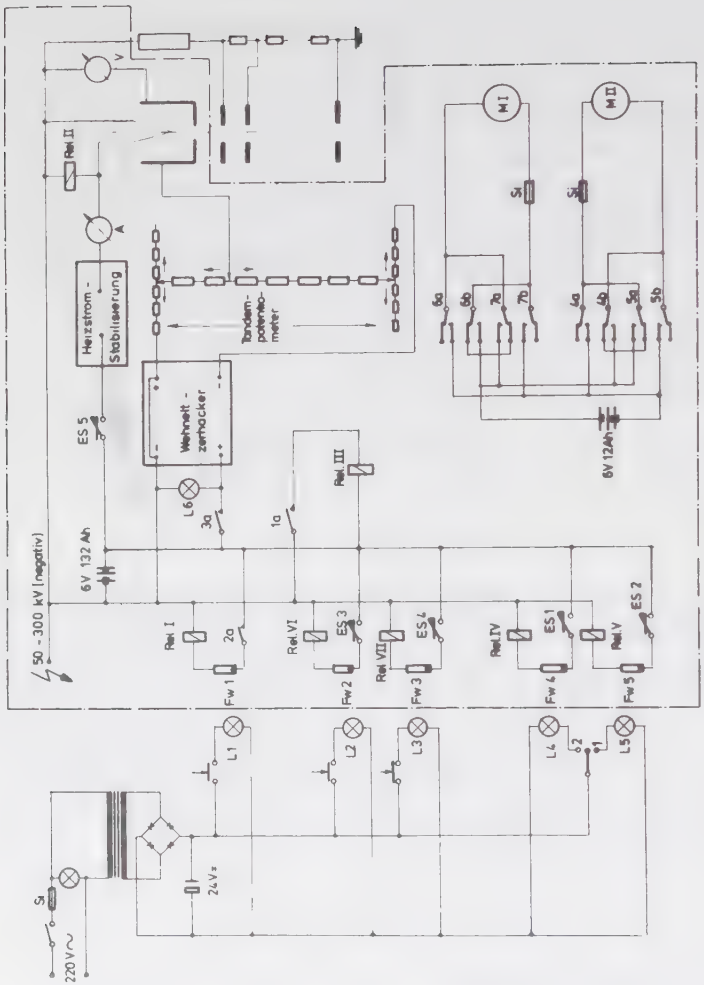


Abb. 5: Schaltbild der Lichtsteuerung

F_W = Fotowiderstand; ES1 ÷ ES4 = Endschalter zur Begrenzung des Drehwinkels der Potentiometer; der Heizstrom wird am Instrument A, die Wehneltspannung am Instrument V abgelesen bzw. eingestellt; die Hochspannungselektrode des Beschleunigungsrohres enthält den strichpunktiert umrandeten Teil der elektrischen Schaltung.

zugeführt. Außerdem begrenzt die so erhaltene Induktivität den Strom bei einem Hochspannungsdurchschlag. Mit Hilfe eines Nylondrahtes läßt sich dieser "Schalter" öffnen und schließen, jedoch nur dann, wenn keine Hochspannung anliegt.

Alle weiteren Bedienungsvorgänge erfolgen über Lichtsteuerung (Abb. 5). Durch ein Netzgerät werden 5 Lichtquellen (L1 ÷ L5) versorgt, welchen in der Hochspannungselektrode 5 Empfänger (FW1 ÷ FW5) gegenüberstehen. Letztere steuern Relaisschaltungen, die dann 5 Funktionen ausführen: EIN-AUS Betriebsbereitschaft des Strahlkopfes

Wehneltspannung grob: fallend, steigend

Wehneltspannung fein : fallend, steigend

Die zentrale Versorgungseinheit im Strahlkopf besteht aus zwei Bleiakkumulatoren (6V, 66 Ah). Ihr größter Verbraucher ist die Katodenheizung, die über einen auf dem Potentiometer für die grobe Wehneltspannungseinstellung montierten Endschalter (ES5) eingeschaltet wird. Ferner wird daraus der Zerhacker für die Wehneltspannung, fünf primitive Steuerkreise sowie eine Kontroll- und Instrumentenbeleuchtung (L6) gespeist. Zwei Getriebemotoren (MI, MII) an den Wehneltspannungspotentiometern werden aus einem separaten Bleiakkumulator (6 V, 2 Ah) versorgt. Über einen Stecker in der Hochspannungselektrode können die Akkumulatoren bei Bedarf geladen werden.

5. Objektverschiebung

Ausgehend von einer früheren Blendenverschiebung mit drei Translations-Freiheitsgraden wurde eine Objektverschiebung konstruiert (Abb. 6 und Abb. 7), die als weitere Freiheitsgrade die Kippung um eine Achse senkrecht zur optischen Achse sowie eine Drehung um 360° um eine Achse senkrecht zum Präparathalter, d.h. die Symmetrie-

achse des Halters erlaubt. Diese 5 Objektverschiebungen dienen dazu, die Netzebenen des Einkristalls relativ zum Strahl so zu orientieren, daß angenähert der Zweistrahlfall vorliegt. Prinzipiell ist so jede Einschußrichtung innerhalb eines Kegels mit Achse senkrecht zur Objektoberfläche wählbar, wobei der halbe Öffnungswinkel des Kegels dem Winkel der maximalen Kippung (30^{o}) entspricht.

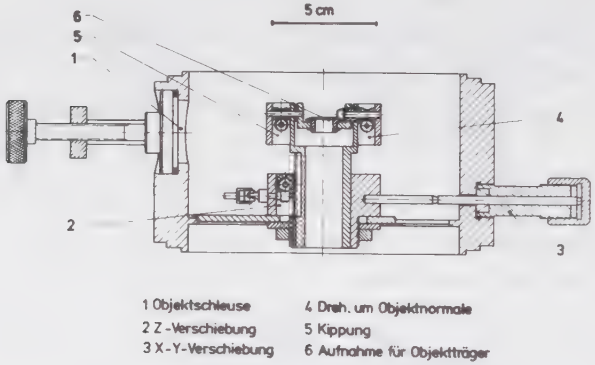


Abb. 6: Längsschnitt durch die Objektverschiebung

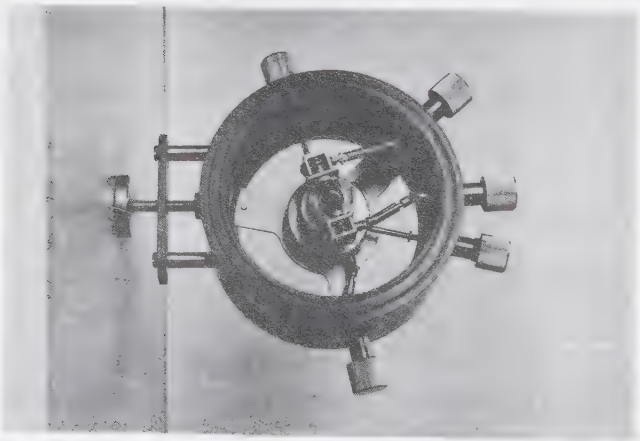


Abb. 7: Objektverschiebung (von oben gesehen)

III. Messung von Beschleunigungsspannung und Beugungslänge

Die Spannungsmessung erfolgte mit dem im Steuerschrank der Hochspannungsanlage eingebauten Meßinstrument von 1, 5 % Genauigkeit. In Zukunft steht zu diesem Zweck ein Präzisionswiderstand (0, 25 %) zur Verfügung.

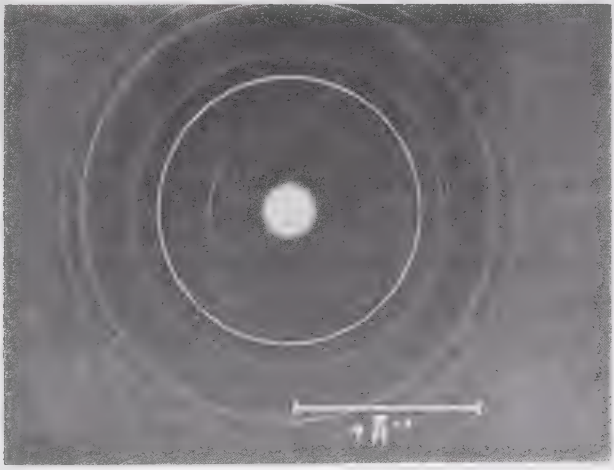


Abb. 8: Debye-Scherrer Ringe am Eichpräparat

Beugungslänge: In einer Balzers-Aufdampfanlage wurde ein LiF-Präparat hergestellt. Die Dicke betrug nach Messung mittels eines Quarzoszillators etwa 1150 Å. Von diesem Präparat wurden Debye-Scherrer Diagramme (Abb. 8) aufgenommen. Die Auswertung mit Hilfe der Beziehung von Bragg

$$\lambda \cdot L = d_{hkl} \cdot r$$

r = Ringradius, d_{hkl} = Netzebenenabstand
λ = Wellenlänge

ergibt übereinstimmend mit dem gemessenen Abstand für die Beugungslänge L den Wert 992 mm. Dieser Wert gilt für den Fall, daß sich die Objektverschiebung im höchsten Punkt befindet, d.h. die Linsenunterkante berührt.

Aus der Schärfe der äußeren Ringe erkennt man, daß die Spannungsstabilität für die im Folgenden beschriebenen Aufnahmen ausreichend ist.

IV. Messungen und Ergebnisse

1 . Präparation der Glimmerkristalle

Bei den untersuchten Objekten handelte es sich ausschließlich um den Glimmertyp Muskovit. Dieser läßt sich bei einiger Geduld bis zu Dicken unterhalb 1000 Å spalten.

Ob ein Präparat für die Untersuchung geeignet ist, läßt sich anhand der auftretenden Interferenzfarben beurteilen, die einen Hinweis auf die Dicke geben. Danach wird der Objektträger in den Objektträgerhalter eingesetzt (Abb. 9).

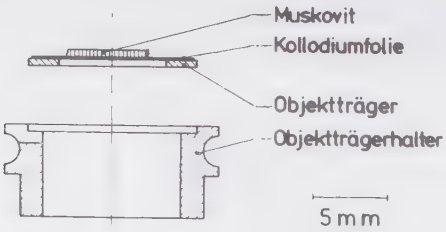


Abb. 9: Präparatträger und -halter

Mit einer Gabel wird der Halter anschließend durch die Schleuse (Abb. 6) in den Zahnkranz für die Azimutdrehung gehoben.

Leider muß für den Präparatwechsel die ganze Beschleunigungssäule belüftet werden. Allerdings vergehen bis zum möglichen Wiedereinschalten des Elektronenstrahls höchstens 30 min.

2. Kristallgitter des Muskovit

Muskovit läßt sich durch ein Gitter mit monokliner Einheitszelle [7] beschreiben (Abb 10 a, b). Die Achsen und Winkel der Einheitszelle haben folgende Größen:

$a = 5,18$ Å $\quad b = 9,02$ Å $\quad c = 20,04$ Å $\quad d_{001} = 19,96$ Å

$\alpha = \gamma = 90^{\circ} \quad \beta = 95^{\circ}30'$

Diese Einheitszelle enthält vier Moleküle $KH_2Al_3(SiO_4)_3$, also insgesamt 84 Atome. Man erhält daher bei Einstrahlung in beliebiger Richtung ein auf den ersten Blick unübersichtliches System von Kikuchi-Linien und -Bändern.

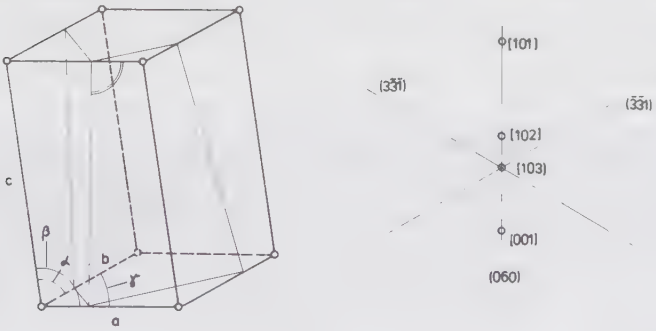


Abb. 10: a) Einheitszelle
b) Netzebenen und Gittergeraden des untersuchten Bereiches

Wir haben wie W. Kossel und G. Möllenstedt (1942) [8] zur Verbesserung der Übersichtlichkeit einen einfachen Teil des Bändersystems heraus: Auf der durch die Basisvektoren $\vec{a}$ und $\vec{b}$ des Gitters aufgespannten Kristalloberfläche steht die kristallographische Richtung [103], also der Vektor $\vec{a} + 3\vec{c}$ nahezu senkrecht, und zwar steht er auf $\vec{b}$ exakt senkrecht, bildet aber mit $\vec{a}$ einen Winkel von $90,56^{\circ}$, wie man aus

den angegebenen Abmessungen der Einheitszelle leicht errechnet. Zu den Netzebenen, die diese kristallographische Richtung [103] enthalten, gehören (010), $(3\bar{3}\bar{1})$ und $(\bar{3}\bar{3}1)$. Die entsprechenden reziproken Gittervektoren $\vec{b}^*$, $3\vec{a}^* - 3\vec{b}^* - \vec{c}^*$ und $-3\vec{a}^* - 3\vec{b}^* + \vec{c}^*$ bilden miteinander Winkel von nahezu 120°, so daß die zugehörigen Bänder den Eindruck hoher Symmetrie erwecken. In der Tat weicht das Gitter mit der monoklinen Einheitszelle der obigen Abmessungen nur wenig von einem Gitter höherer, nämlich hexagonaler Symmetrie ab. Wäre nämlich $\cos\beta$ exakt gleich $-a/3c = -0,09616$, d.h. wäre $\beta = 94,94^\circ$ statt $95,5^\circ$ und wäre das Verhältnis b/a exakt gleich $\sqrt{3} = 1,73205$ statt 1,7413, so könnte man eine hexagonale Einheitszelle mit den Basisvektoren $\vec{a} - \vec{b}$, $\vec{a} + \vec{b}$ und $\vec{a} + 3\vec{c}$ zur Beschreibung des Gitters verwenden, in der die drei erwähnten Netzebenenscharen die Indizierung $(\bar{1}100)$, $(0\bar{1}10)$ und $(10\bar{1}0)$, d.h. dreizählige Symmetrie hätten, während der kristallographische Richtung ihrer Schnittlinie durch [001] beschrieben würde und exakt senkrecht auf der Oberfläche stände. Daß Abweichungen von der hexagonalen Symmetrie bestehen, ist bei den

Abb. 11: Einschuß in der Nähe der Normalen

zur Auswertung verwandten Aufnahmen auch daran zu erkennen, daß die (060)-Linien im Gegensatz zu den $(3\bar{3}\bar{1})$ und $(\bar{3}\bar{3}1)$-Linien charakteristische parallele Ordnungen zeigen.

Im realen Muskovit-Gitter sind die Netzebenenabstände der Scharen $(3\bar{3}\bar{1})$ und $(\bar{3}\bar{3}1)$ gleich 1,497 Å, was nahe bei der sechsten Ordnung von (010) mit b/6 = 1,503 liegt. Bei allen zur Auswertung kommenden Aufnahmen wurde eine dieser drei Netzebenen angeschossen. Abb. 11 zeigt eine Aufnahme bei Einschuß in der Nähe der Normalen.

3. Kinematische und dynamische Theorie zur Deutung der Diagramme im konvergenten Bündel

a) Kinematische Theorie: Die Schrödingergleichung wird in erster Bornscher Näherung für das dreifach periodische Kristallpotential gelöst. Diese Näherung ist zulässig, wenn die Intensität der gebeugten Wellen klein gegen die Primärintensität ist.

Diese Näherung liefert im Gegensatz zur geometrischen Theorie Aussagen über den Intensitätsverlauf im gebeugten Strahl. Angewandt auf die vorliegende Anordnung ergibt sich, daß der Braggreflex von äquidistanten Minima begleitet sein sollte. Der Winkelabstand des p-ten Minimums vom zentralen Maximum des Reflexes ist:

$$\varepsilon_p = p\, d_{hkl} / n \cdot D \qquad (1)$$

Dabei bedeutet n die Ordnung des Reflexes und D die Dicke des Kristalls. Die dynamische Theorie ergibt jedoch in Übereinstimmung mit dem Experiment (z.B. Kossel und Möllenstedt 1942), daß die Lage der Minima insbesondere für kleine p von den Voraussagen der kinematischen Theorie abweicht.

b) Dynamische Theorie: wie die kinematische, so geht auch die dynamische Theorie von der Schrödingergleichung aus:

$$-\frac{\hbar^2}{2m}\Delta\Psi - V\Psi = E\Psi \qquad (2)$$

Dabei ist $E = eU$ (U Beschleunigungsspannung) und V das dreifach periodische Kristallpotential

$$\frac{2me}{\hbar^2}\,V(\vec{r}) = \sum_{h,k,l} v_{hkl} \cdot \exp\left[2\pi i\,(\vec{g}_{hkl} \cdot \vec{r})\right] \qquad (3)$$

Es gibt zwei äquivalente Ansätze zur Lösung der Schrödingergleichung (Darwin 1914 und 1922, Bethe 1928)[9, 10]. Darwins Ansatz ist älter als die Wellenmechanik und wurde daher zunächst auf die dynamische Beugung von Röntgenstrahlen an Kristallen und erst später von Howie und Whelan (1960, 1961)[11] auf Elektronen angewandt.

Zur Prüfung der dynamischen Theorie im Experiment eignet sich zunächst der Zweistrahlfall, bei dem außer dem Primärstrahl nur ein Reflex merklich angeregt ist. Dann nämlich reduziert sich das zu lösende Gleichungssystem sehr stark.

Auf der Grundlage der Betheschen Theorie hat Mac Gillavry (1940)[12] für den Zweistrahlfall gezeigt, daß das p-te Minimum des Reflexes hkl bei

$$\varepsilon_p = \frac{d_{hkl}}{n}\sqrt{\frac{p^2}{D^2} - \frac{v_{hkl}^2}{4\pi^2 k^2}} \qquad (4)$$

liegt. Hierbei ist $k = 2\pi/\lambda$ der Betrag des Wellenvektors der Elektronen und $v_{hkl} = (2me/\hbar^2 V) \cdot \iiint_V V(\vec{r}) \exp(-2\pi i\,\vec{g}_{hkl} \cdot \vec{r})\,d\vec{r}$ der zum reziproken Gittervektor $\vec{g}_{hkl}$ gehörige Koeffizient der obigen Fourierentwicklung für das dreifach periodische Kristallpotential $V(\vec{r})$. Er ist mit der Strukturamplitude $F_{hkl} = \sum_n F_n(\vec{h}) \exp(i\vec{g}_{hkl} \cdot \vec{r}_n)$ durch

die Beziehung $v_{hkl} = (4\pi/V) F_{hkl}$ verknüpft. In der Summe für F_{hkl} wird über sämtliche Atome in einer Elementarzelle vom Volumen V summiert. Für hinreichend große p geht (4) in (1) über. Die Größe $2\pi K / v_{hkl}$ wird, vor allem in der englischsprachigen Literatur, auch als "Extinktionslänge" t_o bezeichnet.

Der Radikand in Formel (4) verschwindet, wenn die Kristalldicke D gleich der p-fachen Extinktionslänge t_o wird. Das p-te Minimum kommt dann genau auf die Mitte des Braggreflexes zu liegen. In diesem Falle sagt man: die Beschleunigungsspannung hat für die gegebene Anordnung einen kritischen Wert erreicht.

Gleichung (4) gilt nur in nicht-relativistischer Näherung. Bei den in der vorliegenden Arbeit verwandten Elektronenenergien ist daher eine Korrektur erforderlich: Erstens muß die Wellenlänge λ und damit $k = 2\pi/\lambda$ relativistisch richtig berechnet werden, und zwar ist

$$\lambda = \frac{h}{m v} = \frac{h}{\sqrt{2em_o U\left(1 + \frac{eU}{2m_o c^2}\right)}} = \frac{h}{\sqrt{2em_o U^*}}$$

Dabei ist $U^* = U\left(1 + \frac{eU}{2m_o c^2}\right)$ die "relativistisch korrigierte Beschleunigungsspannung". Zweitens ist die "lokale Wellenlänge" an einem Ort im Kristall, an dem das Potential $U + V(\vec{r})$ herrscht, in relativistischer Näherung für $V(\vec{r}) \ll U$

$$\frac{h}{\sqrt{2em_o(U+V)^*}} = \frac{h}{\sqrt{2em_o(U+V)\left[1 + \frac{e}{2m_o c^2}(U+V)\right]}} \approx \frac{h}{\sqrt{2em_o U^* + 2em_o V\left(1 + \frac{eU}{m_o c^2}\right)}}$$

Der Faktor $1 + \frac{eU}{m_o c^2}$ ist gleich dem relativistischen Massenverhältnis m/m_o. Das Auftreten des Faktors m/m_o beim dreifach perio-

dischen Kristallpotential $V(\vec{r})$ hat zur Folge, daß auch die Koeffizienten seiner Fourierentwicklung, d.h. die v_{hkl} in relativistischer Rechnung mit diesem Faktor versehen werden müssen. Die entsprechende Korrektur hat Keller (1961) [13] bei der Auswertung von elektroneninterferometrischen Messungen des inneren Potentials bereits verwendet. Damit wird aus (4)

$$\varepsilon_p = \frac{d_{hkl}}{n}\sqrt{\frac{p^2}{D^2} - \frac{v_{hkl}^2\, m^2}{4\pi^2 k^2 m_o^2}} = \frac{d_{hkl}}{n}\sqrt{\frac{p^2}{D^2} - \frac{1}{t_o^2}} \qquad (4a)$$

In relativistisch richtiger Schreibweise ist also die Extinktionslänge

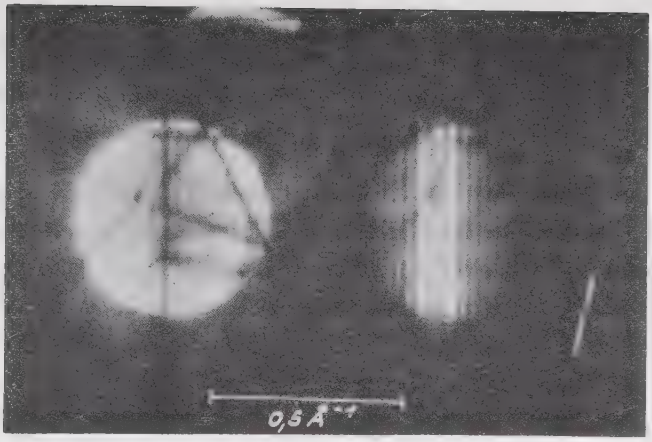
$$t_o = \frac{2\pi k m_o}{m\, v_{hkl}}$$

4. Auswertung verschiedener Aufnahmen

Um die in Formel (4a) eingehende Lage der den Braggreflex begleitenden Minima zu ermitteln, wurden die Aufnahmen photometriert. Einen dieser Reflexe zeigt Abb. 12a, die zugehörige Photometerkurve Abb. 12b.

Gleichung (4a) enthält die drei Unbekannten p , D und insbesondere v_{hkl}. Wir brauchen also die Lage von mindestens drei Minima innerhalb eines Reflexes. Verwertet man drei unmittelbar aufeinanderfolgende Minima, so ergeben sich D , v_{hkl} und p (p ist die Ordnung des ersten für die Auswertung benutzten Minimums vom Braggreflex aus gesehen) mit teilweise sehr großen Schwankungen. Diese sind auf die Ungenauigkeit der aus den Photometerkurven entnommenen a_p zurückzuführen.

Die Ungenauigkeit bei der Bestimmung der a_p liegt unter anderem daran, daß die Minima der Photometerkurven durch die Überlagerung eines glockenförmigen Streuuntergrundes gegenüber dem tatsächlichen



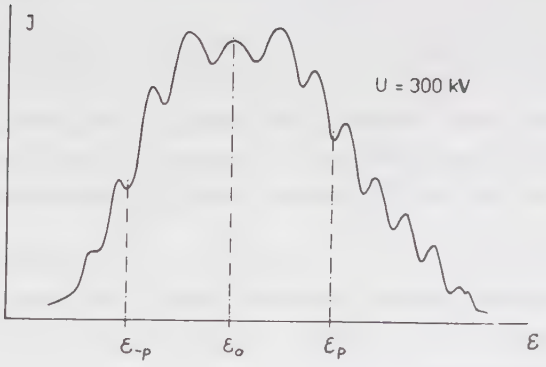


Abb. 12: a) Reflex an $3\bar{3}\bar{1}$ Netzebene
b) zugehörige Photometerkurve

Minimum nach außen verschoben sind, und zwar jedes für sich um einen anderen Betrag. Um die exakten Werte zu ermitteln, hätte man den Beitrag des elastischen und inelastischen Streuuntergrundes zu subtrahieren. Da dieser für den Einzelfall nicht bekannt ist, wird hier näherungsweise der Photometerkurve eine glockenförmige Kurve einbeschrieben. Die Berührungspunkte dieser beiden Kurven stellen die zur

Auswertung verwendeten a_p dar (a_p ist die Abkürzung für $\varepsilon_p \cdot n/d_{hkl}$). Diese Werte sind jedoch nicht frei von einer gewissen Willkür des Auswertenden.

Der Fehler wird geringer, wenn man zur Auswertung möglichst weit auseinanderliegende Minima verwendet. Da auf den meisten Aufnahmen sieben und mehr Minima zu erkennen sind, können die Minima a_p, a_{p+3} und a_{p+6} der Auswertung zugrunde gelegt werden. Man erhält:

$$p = \frac{3}{2} \cdot \frac{a_{p+6}^2 - a_p^2}{a_{p+6}^2 - 2a_{p+3}^2 + a_p^2}; \qquad D = \sqrt{\frac{12(p+3)}{a_{p+6}^2 - a_p^2}}$$

$$t_o = \left[\frac{p^2}{D^2} - a_p^2\right]^{-1/2}; \qquad V_{hkl} = \frac{h^2}{2me\lambda} \cdot \sqrt{\frac{p^2}{D^2} - a_p^2}$$

Zuerst wird p bestimmt, das ganzzahlig sein muß. Bei der darauffolgenden Bestimmung von D wird bereits dieser ganzzahlige Wert, und bei der Bestimmung von t_o und V_{hkl} werden diese Werte von p und D benutzt.

In folgender Tabelle sind die Resultate verschiedener Aufnahmen an verschieden dicken Objekten - jedoch jeweils am Reflex $3\bar{3}\bar{1}$ oder $\bar{3}\bar{3}1$ - zusammengefaßt.

Der Mittelwert über die $V_{3\bar{3}\bar{1}}$ führt auf

$$V_{3\bar{3}\bar{1}} = 2,44 \text{ Volt.}$$

Dieser Wert befindet sich in guter Übereinstimmung mit den von Mac Gillavry theoretisch mittels der Poissongleichung berechneten 2,4 Volt.

Da das Herausgreifen von nur 3 Minima aus einer Aufnahme unter Vernachlässigung aller andern willkürlich erscheint, wird am Beispiel der Aufnahme Nr. 123 in Abb. 12 eine früher benutzte graphische

Aufnahme Nr.	Ordnung p	Dicke (nm)	Extinktions-länge (nm)	$V_{33\bar{1}}$ (Volt)
44	1	116	178	2,48
79	2	387	212	2,25
79	2	378	207	2,30
79	3	376	200	2,39
90	2	356	185	2,54
111	3	457	200	2,41
123	2	357	190	2,54
125	3	356	168	2,56
125	4	358	171	2,52

Tabelle: Ergebnisse für D, V_{hkl} und p

Methode mathematisch formuliert. Die Funktion $a_p^2 = a_p^2(p^2)$ wird nach Gleichung (4) durch eine Gerade dargestellt, aus deren Steigung und Achsenabschnitt sich V_{hkl} und D bestimmen lassen. Diese Berechnung ergibt einen Wert in guter Übereinstimmung mit dem in der Tabelle enthaltenen Wert für diese Aufnahme.

Schon Ackermann hat in ihren systematischen Untersuchungen darauf hingewiesen, daß die MacGillavry Formel (4) nur für den Zweistrahlfall gilt. Die Schwankungen der aus verschiedenen Aufnahmen berechneten Strukturpotentiale sind vermutlich auf die experimentell mehr oder weniger gut gelungene Realisierung des Zweistrahlfalls zurückzuführen.

5. Kritische Spannungen bzw. Dicken

Nachdem ein neuer Kristall in die Beugungsapparatur eingeschleust war, wurde an einer geeigneten Stelle jeweils eine Serie von Aufnahmen an ein und demselben Reflex geschossen, jedoch bei verschiede-

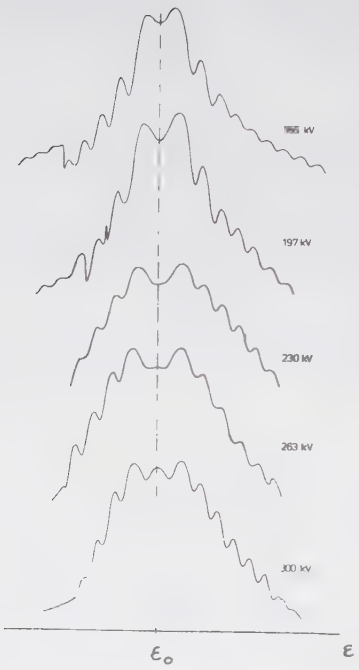


Abb. 13: 331-Reflex bei verschiedenen Spannungen

nen Werten der Beschleunigungsspannung. Die Photometerkurven einer solchen Serie zeigt Abb. 13.

Das langsame Aufzehren des Braggreflexes ist sehr deutlich zu beobachten. Man hat damit eine weitere Methode die V_{hkl} zu bestimmen, indem man feststellt, bei welcher Spannung die Einsattelung am tiefsten ist, die Dicke anderweitig bestimmt und V_{hkl} aus der Formel für die kritische Dicke berechnet:

$$V_{hkl} = \frac{p\,h^2}{2m\,D \cdot \lambda \cdot e}$$

Da eine Aufnahme aus obiger Serie schon ausgewertet wurde, verwenden wir das dort gefundene D und $V_{33\bar{1}}$ um die Spannung zu ermitteln, wo der Braggreflex verschwunden sein müßte. Man erhält für p = 2 die Spannung 205 kV.

In Abb. 13 ist eine Photometerkurve für 197 kV wiedergegeben, und es ist gerade dort die tiefste Einsattelung zu erkennen.

Anomale Absorption: Die untersuchten Aufnahmen im konvergenten Bündel zeigen im Primärfleck einen deutlichen Intensitätsunterschied zwischen den beiderseits der Braggkante liegenden Gebieten. Diese Erscheinung bezeichnet man als anomale Absorption. Sie läßt sich theoretisch nach Hashimoto, Howie und Whelan (1962) [14] durch Einführung eines komplexen Fourierkoeffizienten in die dynamische Theorie beschreiben. Dabei entspricht das oben bestimmte Strukturpotential dem Realteil des Entwicklungskoeffizienten. Der Absorptionspotential genannte Imaginärteil ist um gut eine Größenordnung kleiner [15] und beeinflußt die Lage der Nebenminima nur geringfügig, so daß obige Auswertung gerechtfertigt ist.

V. Zusammenfassung

Während in den früheren Experimenten von W. Kossel und G. Möllenstedt Beugungsaufnahmen im konvergenten Bündel mit 70 keV-Elektronen aufgenommen wurden, werden in den vorliegenden Versuchen Spannungen bis zu 300 kV benutzt. Hierdurch wird der durchstrahlbare Einkristalldickenbereich von etwa 1100 Å auf 4500 Å erhöht.

Gleichzeitig bietet sich die Möglichkeit einer experimentellen Prüfung der dynamischen Theorie der Elektronenbeugung, hier speziell der Zweistrahlnäherung nach MacGillavry, in Bereichen höherer Energie.

Unter Berücksichtigung der relativistischen Massen- und Wellenlängenänderung wird die von MacGillavry angegebene Beziehung für die Lage der den Braggreflex begleitenden Intensitätsminima modifiziert.

Die Auswertung von Beugungsdiagrammen an Muskovit zeigt eine gute Übereinstimmung mit dem früher bei etwa 70 kV Beschleunigungsspannung gefundenen Wert für das Strukturpotential $V_{33\bar{1}} = 2,4$ Volt.

Die Abhängigkeit der Extinktionslänge von der Spannung läßt sich mit großer Deutlichkeit an dem Verschwinden der Intensität in der Braggrichtung verfolgen.

Durch die Anwendung des konvergenten Bündels treten die Erscheinungen der anomalen Absorption deutlich hervor.

Herrn Prof. Dr. G. Möllenstedt danke ich herzlich für die Anregung und Förderung dieser Arbeit. Wertvolle theoretische Anmerkungen verdanke ich Herrn Prof. Dr. F. Lenz.

VI. Literaturverzeichnis

1 Kossel, W., G. Möllenstedt, Ann. Phys. 5, 36 (1939)

2 Ackermann, I., Ann. Phys. 6, 19 (1948)

3 Hoerni, J., Dissertation Genf 1950

4 Goodman, P., G. Lehmpfuhl, Naturforschung 20, 110 (1965)

5 Graff, K., Dissertation Tübingen 1968

6 Schaal, G., Z. Physik 241, 65 (1971)

7 Jackson, W. W., J. West, Zeitschr. f. Kryst. 85, 160 (1933)

8 Kossel, W., G. Möllenstedt, Ann. Phys. 5, 287 (1942)

9 Darwin, Ch. G., Phil. Mag. 27, 315, 675, (1914); 43, 800 (1922)

10 Bethe, H., Ann. Phys. 87, 55 (1928)

11 Howie, A., M. J. Whelan, Proc. Eur. Reg. Conf. on Electron Microscopy (Delft), 1, 194 (1960) und Proc. Roy. Soc. A 263, 217 (1961)

12 MacGillavry, C. H., Physica 7, 329 (1940)

13 Keller, M., Z. Physik 164, 274 (1961)

14 Hashimoto, H., A. Howie, W. J. Whelan, Proc. Roy. Soc. 269, 80 (1962)

15 Gaukler, K. H., K. Graff, Zeitschr. f. Physik 232, 190 (1970)

Reutlingen, den 24. Sept. 1973

Lebenslauf

Am 22. Mai 1944 wurde ich, Roland Wurster, als Sohn des Holzhauers Georg Wurster und dessen Ehefrau Friederike geb. Braun, in Baiersbronn-Obertal, Kreis Freudenstadt, geboren. Nach vier Jahren Volksschule in Obertal (1950 - 1954) und sechs Jahren am Progymnasium in Baiersbronn (1954 - 1960) besuchte ich drei Jahre das Keplergymnasium in Freudenstadt, wo ich im März 1963 die Reifeprüfung ablegte.

Im Sommersemester 1963 nahm ich an der Universität Tübingen das Studium der Physik auf, bestand im Februar 1966 die Vordiplomprüfung und legte im Juli 1969 die Diplom-Hauptprüfung in Physik ab. Das Thema, der im Institut für Angewandte Physik angefertigten Diplomarbeit, lautete: "Untersuchung der elektrischen Durchbruchsspannung zwischen Elektroden im Hochvakuum". In der Zeit vom November 1969 bis 1973 arbeitete ich in diesem Institut unter der Leitung von Prof. Dr. G. Möllenstedt an der vorliegenden Dissertation: "Beugung im konvergenten Bündel mit 300 keV Elektronen".

Am 5.1.1970 schloß ich die Ehe mit Elisabeth Wurster, geb. Bierther. Wir haben seit Juni 1970 eine Tochter.

Meine akademische Ausbildung verdanke ich den Herren Professoren und Dozenten: M. Auwärter, W. Braunbek, W. Bues, H. Ehlich. G. Elwert, K. H. Gaukler, W. Hewers, E. Kasper, H. Kneser, H. Krüger, F. Lenz, H. Lenz, G. Mack, G. Möllenstedt, R. Mühleisen, E. Müller, M. Müller, M. Reimer, P. Roquette, W. Rüdorff, H. Schäfer, R. Schief, E. Schmid, H. Seiler, J. Sommer, R. Speidel, O. Tamaschke, H. Wielandt, H. W. Wittern und A. Wolf.